

PEMBUATAN, KARAKTERISASI, DAN APLIKASI KITIN TERMODIFIKASI SEBAGAI ADSORBEN LOGAM BERAT CD(II)

TAHIRAH HASAN
YASNIDAR YASIR
ABD.WAHID WAHAB
UNIVERSITAS ISLAM MAKASSAR
NOPEMBER, 2010

1. PENDAHULUAN

Dewasa ini masalah lingkungan merupakan isu sentral dalam berbagai kebijakan. Beberapa kebijakan/proyek pemerintah maupun swasta mensyaratkan adanya analisis mengenai dampak lingkungan. Tidak dapat dipungkiri, dengan bertambahnya penduduk dan peningkatan industri, masalah pencemaran lingkungan merupakan konsekuensi yang harus dihadapi. Pencemaran perairan oleh logam berat misalnya, merupakan suatu masalah yang cukup serius walaupun zat polutannya (logam berat) dalam jumlah renik. Beberapa metode konvensional pengolahan limbah seperti presipitasi secara kimia sebagai hidroksida logam, elektrodeposisi, penukar ion, atau pemisahan membran telah di aplikasikan.

Metode sorpsi (serapan) merupakan salah satu alternatif pengolahan yang baik digunakan, karena material yang digunakan tidak banyak dan dapat diregenerasi. Biosorben yang telah diaplikasikan seperti kulit kelapa, rubber tyres, dan rambut manusia (Knocke, 1981 ; Tan, dkk., 1985 ; Macchi, dkk., 1986). Beberapa produk samping pengolahan hasil pangan seperti empulur kenari, kulit kacang, sekam padi, cangkang kerang, ampas tebu, daun teh dan bubuk kopi juga telah dimanfaatkan (Ferro-Garcia, dkk., 1988 ; Orhan, 1993). Efisiensi beberapa biosorben ini untuk pemanfaatan pada skala industri masih perlu kajian lanjutan dan perhitungan ekonomis. Beberapa sorben efektif yang saat ini banyak digunakan untuk skala industri adalah resin penukar ion dan karbon aktif, namun harganya cukup mahal. Beberapa sorben murah seperti debu layang, tanah liat dan serbuk gergaji dapat dimanfaatkan, namun kapasitas penyerapan ion logam beratnya kecil, sedangkan alumina aktif yang cukup efektif untuk pengolahan limbah logam berat tapi hanya efektif pada kondisi pH yang ekstrem.

Untuk keperluan penanganan limbah, modifikasi kitin juga telah dilakukan. Beberapa penelitian pemanfaatan kitin yang termodifikasi untuk pengolahan limbah logam berat seperti Filho, dkk., (2004), Sehol (2004), dan Kurniawan (2004) memperlihatkan kemampuan dan efisiensi penyerapan yang baik. Sebagai modifikator adsorben, mereka menggunakan polyvinylpyrrolidone (VP) dan asam humat.

Bertolak dari latar belakang di atas, pada penelitian ini akan dipelajari fenomena sorpsi ion logam berat menggunakan kitin. Kitin merupakan polimer kedua terbanyak setelah selulosa banyak dijumpai dalam kulit udang, cangkang hewan Artropoda, kepiting, cumi-cumi, serangga dan sejumlah jamur. Indonesia sebagai negara kepulauan dengan tingkat produksi sejumlah hasil di atas yang tinggi memungkinkan pemanfaatan produk ini sebagai adsorben dapat dioptimalkan. Modifikasi kitin yang akan dilakukan terutama bertujuan untuk meningkatkan kapasitas penyerapan dan mengefesienkan pemakaian material.

II. METODE PENELITIAN

Metode penelitian yang dipakai adalah metode eksperimen laboratorium yang akan dilakukan melalui beberapa tahap sebagai berikut:

1. Pembuatan adsorben kitin termodifikasi dengan L-sistein.
2. Karakterisasi kitin termodifikasi yang dihasilkan menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan penentuan gugus sulfhidril secara iodometri.
3. Penentuan pH dan kapasitas adsorpsi ion logam berat Cd pada adsorben termodifikasi.
4. Mempelajari kinetika adsorpsi ion logam berat Cd.

2.1 Tempat dan waktu penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium FMIPA UIM dan Laboratorium Kimia Analitik FMIPA UNHAS. Meliputi penyiapan alat dan bahan, pembuatan kitin termodifikasi dengan L-sistein, penentuan pH dan kapasitas adsorpsi ion logam berat pada adsorben termodifikasi dan mempelajari kinetika adsorpsi ion logam berat Cd(II).

2.2 Bahan dan Peralatan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah : Chitin, L-cysteine, larutan standar ion logam Cd(II) yang diperoleh dari $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, nitric acid (HNO_3), sulfuric acid (H_2SO_4), etanol, acetic acid, potassium iodide (KI), potassium iodate (KIO_3), sodium thiosulfate ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), tetrahydrofuran (THF) dan aquades.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: pH-meter, spektrofotometer serapan atom, Fourier Transform Infra Red (FTIR), Scanning Electron Microscope (SEM), neraca analitik, pengaduk magnetik, vacuum oven dan peralatan gelas yang umum digunakan di laboratorium kimia.

2.3 Prosedur Penelitian

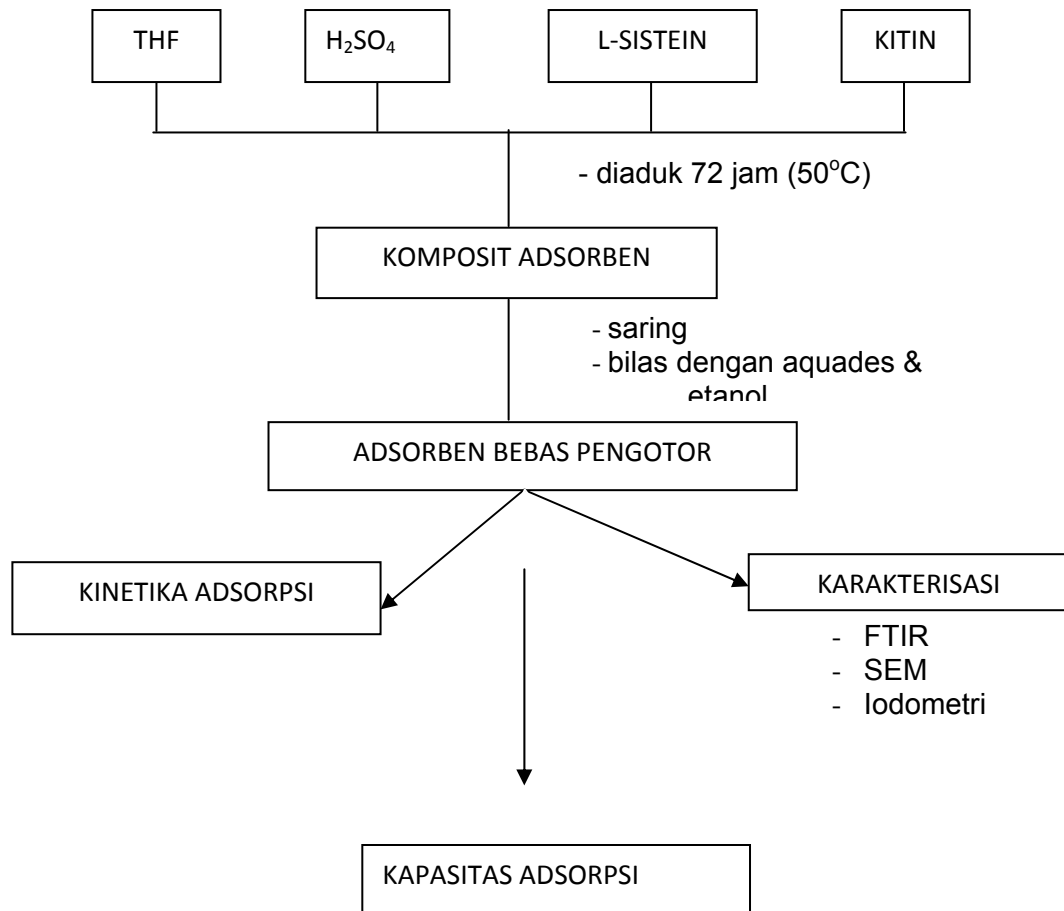
2.3.1. Pembuatan kitin termodifikasi dengan L-sistein

- Dicampurkan 50 mL THF dan 10 mL H_2SO_4 , kemudian ditambahkan 10 g L-sistein dan 5 g kitin sambil diaduk. Pengadukan dilakukan selama 72 jam pada suhu 50°C dengan menggunakan magnetik stirer.
- Selanjutnya produk yang dihasilkan disaring dan dibilas dengan aquades sampai filtratnya netral. Dicuci lagi dengan etanol untuk menghilangkan kelebihan L-sistein, lalu disaring.
- Produk dikeringkan dalam vacuum oven pada suhu 35°C. Kitin termodifikasi yang diperoleh disimpan dalam wadah gelap, kering dan tertutup agar terhindar dari cahaya dan kelembaban.

2.3.2. Karakterisasi struktur dari kitin termodifikasi

- Bubuk kitin maupun kitin termodifikasi L-sistein dikarakterisasi menggunakan spektroskopi infra merah (FTIR) yang diimpregnasikan ke dalam pelet KBr.
- Analisis elemental semikuantitatif dan struktur permukaan dari kitin dan kitin termodifikasi juga dilakukan menggunakan SEM.

Gambar 1. Skema Kerja Penelitian



- Gugus sulfhidril (-SH) yang terdapat pada L-sistein dianalisis dengan menggunakan titrasi iodometri sebagai berikut : ke dalam labu takar 50 mL masukkan 0,25 g kitin-sistein, 15 mL aquades, 2,5 mL asam asetat dan 0,5 g KI. Jika KI telah larut sempurna tambahkan KIO₃ 0,003 M. I₂ yang dihasilkan dititrasi dengan Na₂S₂O₃ 0,03 M sampai warna kuning hilang. %SH selanjutnya dapat dihitung dan dibandingkan dengan data analisis elemental.

2.3.3. Penentuan pH dan kapasitas adsorpsi

- Sejumlah 1 g kitin atau kitin-sistein dalam 100 mL masing-masing larutan standar logam Cd²⁺ 25 ppm diaduk pada temperatur kamar selama 8 jam pada interval pH 2,0 – 7,0. Selanjutnya didiamkan selama 10 jam. Konsentrasi masing-masing ion logam sebelum dan sesudah adsorpsi pada

variasi pH kemudian ditentukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA).

- Kapasitas adsorpsi terbaik untuk masing-masing ion logam diperoleh pada pH yang memberikan persen adsorpsi tertinggi.
- Kapasitas adsorpsi (Q) dihitung dengan menggunakan rumus :

$$Q = \frac{V (C_0 - C)}{W} \text{ dimana}$$

V= volume ion logam, W= berat adsorben, C_0 dan C adalah konsentrasi ion logam sebelum dan sesudah adsorpsi.

2.3.4. Kinetika adsorpsi ion logam berat pada kitin termodifikasi

- Sejumlah 1 g kitin-sistein ditambahkan ke dalam 100 mL masing-masing larutan standar logam Cd^{2+} 25 ppm.
- Untuk mengefektifkan proses adsorpsi campuran sebaiknya diaduk. pH optimum untuk masing-masing ion logam yang diperoleh pada percobaan sebelumnya digunakan pada percobaan ini.
- Selang 20 menit, persen kapasitas adsorpsinya ditentukan. Lamanya penentuan kinetika adsorpsi ini berlangsung dimana sudah terlihat tidak adanya perubahan kapasitas adsorpsi.

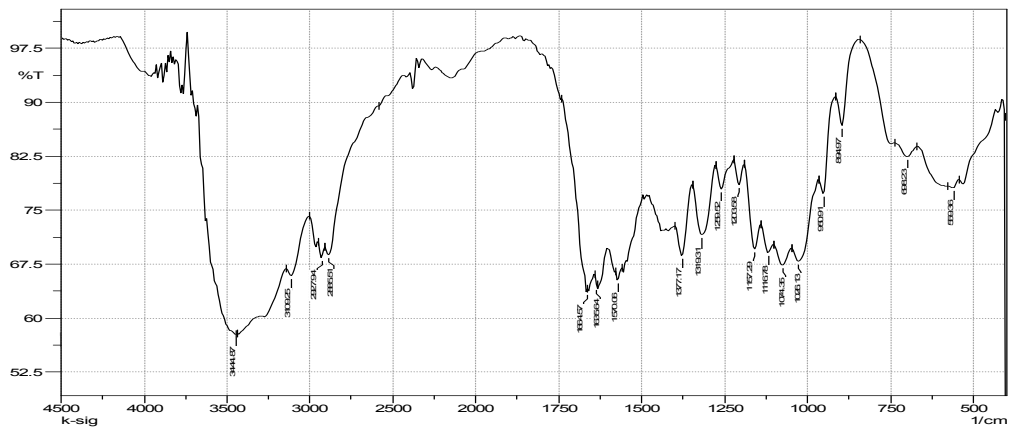
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Pembuatan adsorben kitin termodifikasi dengan L-sistein

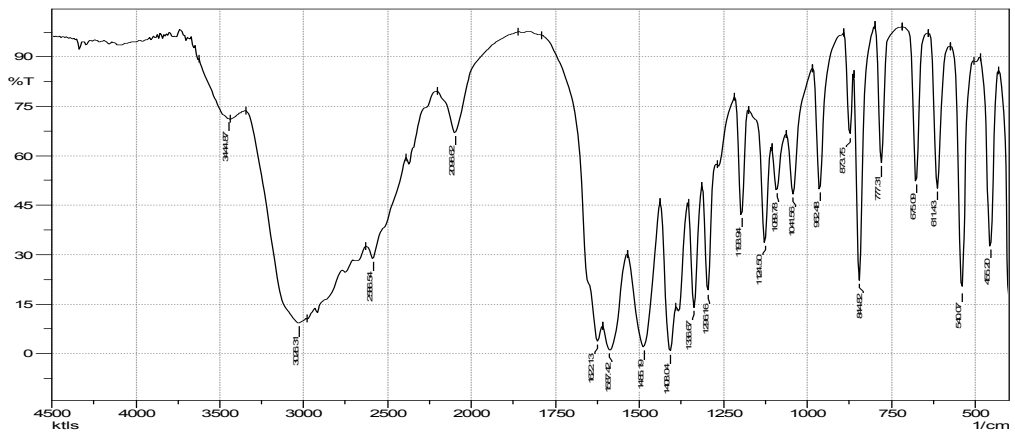
Dilakukan pembuatan kitin termodifikasi dengan L-sistein dengan mencampurkan 50 mL tetrahidrofur (THF) dan 10 mL H_2SO_4 , kemudian ditambahkan 10 g L-sistein dan 5 g kitin sambil diaduk. Pengadukan dilakukan selama 72 jam dengan menggunakan magnetic stirrer. Produk yang dihasilkan disaring dan dibilas dengan aquades sampai filtratnya netral, dicuci lagi dengan etanol untuk menghilangkan kelebihan L-Sistein. Produk dikeringkan dalam vacuum oven pada suhu 35°C.

3.2. Karakterisasi struktur dari kitin dan kitin termodifikasi

Karakterisasi kitin dan kitin termodifikasi L-sistein dengan menggunakan Fourier Transform Infra Red (FTIR). Puncak-puncak spektrogram infra merah kitin sigma dan kitin termodifikasi dapat dilihat pada gambar 2 dan 3.



Gambar 2. Spektrogram Infra Merah Kitin Sigma



Gambar 3. Spektrogram Infra Merah Kitin Termodifikasi L-sistein

Spektrum infra merah u max (cm^{-1}) kitin sigma: 3448,72; 2885,51; 1664,57; 1377,17; 1259,52; 1203,58; 1076,28; 1026,13.

Hasil interpretasi spektrum infra merah kitin sigma memperlihatkan adanya puncak serapan pada daerah 3448,72 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus hidroksil. Daerah ulur N-H sekunder dari amida mempunyai puncak serapan 3109,25 cm^{-1} . Serapan C-H dari metil muncul pada puncak serapan 2885,51 cm^{-1} . Uluran C=O amida muncul pada serapan 1664,57 cm^{-1} . Puncak serapan 1377,17 cm^{-1} adalah rentangan C-H metil. Vibrasi rentangan C-O yang terjadi pada kisaran 1259,52 cm^{-1} hingga 1203,58 cm^{-1}

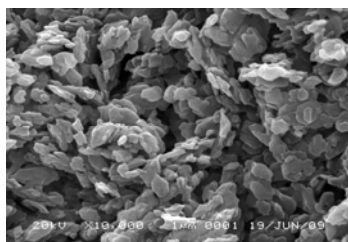
memperkuat adanya gugus hidroksil dalam senyawa ini. Puncak serapan $1076,28\text{ cm}^{-1}$ merupakan rentangan C-O-C.

Spektrum infra merah u max (cm^{-1}) kitin termodifikasi L-sistein: 3444,87; 3026,31; 2586,54; 1622,13; 1408,04; 1124,50; 675,09

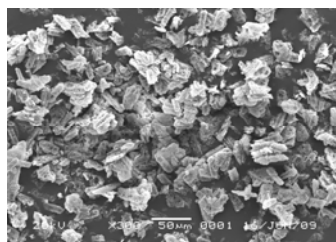
Hasil interpretasi terhadap spektrum infra merah kitin termodifikasi L-sistein memberikan data yang diperlihatkan pada puncak serapan $3444,87\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus hidroksil. Daerah serapan $3026,31\text{ cm}^{-1}$ memperlihatkan uluran N-H sekunder. Puncak serapan S-H muncul pada $2586,54\text{ cm}^{-1}$. Uluran C=O amida muncul pada serapan $1622,13\text{ cm}^{-1}$. Puncak serapan $1408,04\text{ cm}^{-1}$ adalah rentangan C-H metil. Vibrasi rentangan C-O yang terjadi muncul pada puncak serapan $1193,94\text{ cm}^{-1}$. Rentangan C-O-C muncul pada puncak serapan $1124,50\text{ cm}^{-1}$.

Analisis elemental semikuantitatif dan struktur permukaan dari kitin, L-sistein dan kitin termodifikasi dilakukan dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) untuk melihat struktur fisik dari kitin sigma, L-sistein dan kitin termodifikasi L-sistein. Karakterisasi struktur berdasarkan hasil perekaman foto *Scanning Electron Microscope* (SEM) pada sampel kitin menunjukkan adanya lempengan kecil yang bertumpuk dan membentuk susunan kristal. Sampel sistein menunjukkan lempengan yang panjang. Sedangkan pada kitin termodifikasi L-Sistein menunjukkan adanya lempengan kecil dan panjang yang bertumpuk.

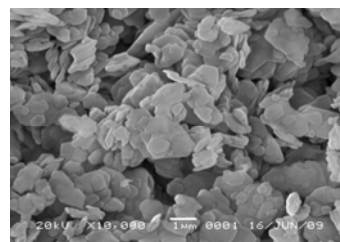
Hasil *Scanning Electron Microscop* (SEM) kitin sigma, L-sistein dan kitin termodifikasi L-sistein dapat dilihat pada gambar 4a, 4b, dan 4c.



Gambar 4a. Kitin sigma



Gambar 4 b. L-Sistein



Gambar 4c. Kitin Termodifikasi L-Sistein

Gambar 4. Hasil *Scanning Electron Microscope* (SEM): (a) Kitin Sigma; (b) L- sistein; (c) Kitin termodifikasi L-sistein

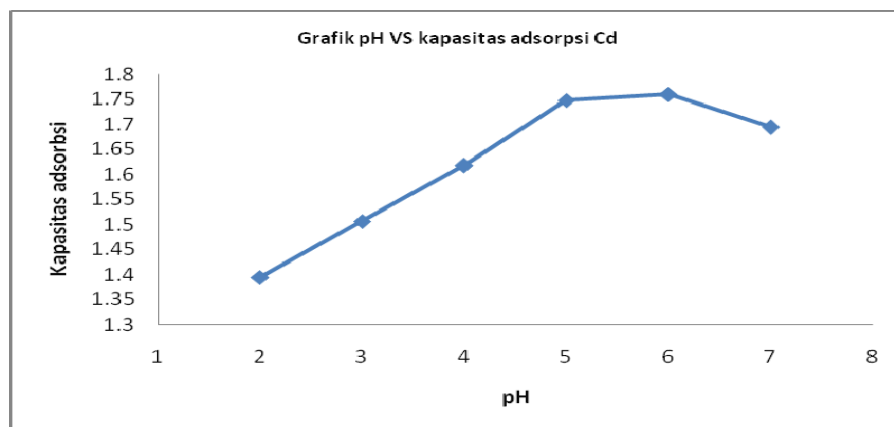
Gugus sulfhidril (-SH) yang terdapat pada L-sistein dianalisis dengan menggunakan titrasi iometri. Hasil analisis diperoleh persentase gugus sulfhidril pada L-sistein dan kitin termodifikasi L-sistein yaitu 27,3%.

3.3. Penentuan pH dan kapasitas adsorpsi

Penentuan pH dan kapasitas adsorpsi dari kitin dan kitin termodifikasi dengan L-Sistein pada interval pH 2,0 – 7,0. Sejumlah 1 gram kitin dan kitin trmodifikasi L-sistein masing-masing ditambahkan ke dalam 100 mL larutan standar logam Cd^{2+} 25 ppm diaduk pada temperatur kamar selama 8 jam. Selanjutnya dидiamkan selama 10 jam. Konsentrasi masing-masing ion logam sebelum dan sesudah adsorpsi pada variasi pH kemudian ditentukan dengan spektrofotometer serapan atom (SSA). Data konsentrasi, kapasitas adsorpsi pada variasi pH dan kinetika adsorpsi dapat dilihat pada tabel berikut:

Tabel 1. Penentuan pH dan Kapasitas adsorpsi kitin dan kitin termodifikasi L-sistein terhadap ion logam Cd

Adsorben	pH	Konsentrasi ion logam sebelum adsorpsi	Konsentrasi ion logam sesudah adsorpsi	Kapasitas adsorpsi (Q)
Kitin	2	25	11,055	1,3945
	3	25	9,935	1,5065
	4	25	8,82	1,618
	5	25	7,52	1,748
	6	25	7,405	1,7595
Kitin termodifikasi dengan L-Sistein	6	25	0	2,5



Gambar 5. Kurva hubungan antara kapasitas adsorpsi dan pH untuk kitin

Tabel 2. Kinetika adsorpsi kitin termodifikasi L-sistein terhadap ion logam berat Cd

Adsorben	Larutan standar	Wak (s)	Konsentras i ion logam sebelum Adsorpsi	Konsentras i ion logam sesudah adsorpsi	Kapasita s Adsorpsi (Q)
Kitin termodifikasi dengan L-Sistein	0,1	20	25	0	2,5
	0,2	40	25	0	2,5
	0,4	60	25	0	2,5
	0,8	80	25	0	2,5

Hasil analisis data menunjukkan bahwa variasi pH adsorben dari 2 hingga 6 terjadi peningkatan kapasitas adsorpsi dalam menyerap logam Cd dan pada pH 7 kapasitas adsorpsi menurun. Hal ini menunjukkan bahwa pada sisi aktif dari kitin dan kitin termodifikasi L-Systeine tidak mampu lagi menyerap logam karena telah mengalami kejenuhan. Berdasarkan hal ini maka pH optimum dari kitin dan kitin termodifikasi L-Systeine untuk menyerap Cd adalah pada pH 6. Hasil analisis memperlihatkan bahwa kapasitas adsorpsi kitin termodifikasi L-Systeine terhadap Cd lebih tinggi dari pada kitin.

Kinetika adsorpsi kitin termodifikasi L-sistein terhadap logam Cd optimum pada menit ke 20, hasil analisis menunjukkan konsentrasi ion logam Cd setelah adsorpsi sama dengan nol.

IV. KESIMPULAN DAN SARAN

4.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian dan hasil pembahasan yang diperoleh maka dapat disimpulkan bahwa:

1. pH optimum yang digunakan untuk menentukan kapasitas adsorpsi dari kitin dan kitin termodifikasi L-sistein dalam menyerap logam Cd adalah pH 6
2. Kitin termodifikasi L-sistein merupakan adsorben yang lebih efektif digunakan untuk menyerap logam berat Cd dibandingkan kitin.

4.2. Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap logam berat yang lain seperti Pb dan Hg.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Ferro-Garcia, M.A., Rivero-Utrilla, J., and Bautista-Toledo, I., (1988), Adsorption of Zinc, Cadmium and Copper on Activated Carbons obtained from Agricultural by-Products, *Carbon*, 26 363–373.
- [2] Filho, J.A.R., Bach, E.E., Vargas, R.R., Soares, D.A.W., and de Queiroz, A.A., (2004), An Investigation of Cadmium(II) and Nickel(II) Adsorption by Chitin graft Copolymer, *J. of Applied Polymer Sci.*, 92, 1310-1318.
- [3] Knocke, W.R., and Hemphill, L.H., (1981), Mercury Sorption by Waste Rubber, *Water Res.*, 15, 275–282.
- [4] Kurniawan, A., (2004), Imobilisasi Asam Humat pada Kitin dan Aplikasinya untuk Adsorpsi Ni(II), Tesis Magister Kimia, PPs UGM, Yogyakarta.
- [5] Macchi, G., Maroni, D., and Tiravarthi, G., (1986), Uptake of Mercury by Exhausted Coffee Grounds, *Environ. Technol. Lett.*, 7, 431–444.
- [6] Orhan, Y., and Büyükgüngör, H., (1993), The Removal of Heavy Metals by using Agricultural Wastes, *Water Sci. Technol.*, 28, 247–255.
- [7] Sehol, M., (2004), Imobilisasi Asam Humat pada Kitin dan Aplikasinya sebagai Adsorben Cr(III), Tesis Magister Kimia, PPs UGM, Yogyakarta.
- [8] Tan, T.C., Chia, C.K., and Teo, C.K., (1985), Uptake of Metal Ions by Chemically Treated Human Hair, *Water Res.*, 19, 157–162.

[KEMBALI KE DAFTAR ISI](#)